



१०/८१

भारत का राजपत्र

The Gazette of India

असाधारण
EXTRAORDINARY

भाग II—संख्या 3—उप-संख्या (i)
PART II—Section 3—Sub-section (i)

शासकीय से प्रकाशित
PUBLISHED BY AUTHORITY

तं. 492]

No. 492]

नई दिल्ली, मंगलवार, 21, 1986/आस्विन 29, 1908

NEW DELHI, TUESDAY, OCTOBER 21, 1986/ASVINA 29, 1908

इस भाग में भिन्न घृणा की जाती है किससे कि यह असाधारण संख्याको रूप में
रखा जा सके

Separate Fagting is given to this Part in order that it may be filed as a
a separate compilation

कृषि मंत्रालय

(कृषि और सहकारिता विभाग)

नई दिल्ली, 21 अक्टूबर, 1986

आदेश

सा. का. नि. 1160 (ध्र.) — केन्द्रीय सरकार, आवश्यक
रात्न अधिनियम, 1955 (1955 का 10) की धारा 3
शारण प्रवत्त शक्तियों का प्रयोग करते हुए, उर्वरक (नियंत्रण)
प्रावेश, 1985 का और संशोधन करने के लिए निम्नलिखित
प्रादेश करती है, अर्थात् —

1. (1) इस आदेश का नाम उर्वरक (नियंत्रण) (तीसरा
प्रशोधन) आदेश, 1986 है।

(2) यह राजपत्र में प्रकाशन की सारीख को प्रवृत्त
होगा।

2. (1) उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 की (जिसे
इसमें इसके पश्चात् उक्त आवेश कहा गया है) अनुमूल्यी 1 में,
(i) शीर्षक “भाग-क उर्वरकों के विनिर्देश और उप-शीर्षक”।

(च) यूरेनियम के नीचे क्रम सं. 2 और उससे संबंधित
प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित क्रम संख्याएँ और
प्रविष्टियाँ अनुस्थापित की जाएंगी, अर्थात् —

उर्वरक का नाम	विनिर्देश
1	2
"3 मिट्री में उपयोगन के (i) भार के आधार पर (B) लिए बोरक्स (सोडियम टेट्राबोरेट)	के रूप में बोरोन के अंश का ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (ii) प्रतिशत, न्यूनतम 10.5 भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0
	(iii) pH 9.0—9.5
	(iv) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसा का प्रतिशत, अधिकतम 0.003

1	2	1	2
4. फोलियर स्प्रे के लिए सोल्वेवर (Na ₂ B ₄ O ₇ .5H ₂ O + Na ₂ B ₁₀ O ₁₆ .10H ₂ O)	(i) भार के आधार पर (B के रूप में) लोरेन के अंश का प्रतिशत न्यूनतम 19.0 (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003	(v) pH 3.5 से अन्यून (vi) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003	
5. तांबा सल्फेट (CuSO ₄ .5H ₂ O)	(i) भार के आधार पर (Cu के रूप में) तांबे का प्रतिशत, न्यूनतम 24.0 (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Fe के रूप में) अभिव्यक्ति विलेय लौह और एल्युमिनियम मिश्रण का प्रतिशत, अधिकतम 0.5 (iv) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 (v) pH 3.0 से अन्यून	7. अमोनियम मोलिबडेट [(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O]	(i) भार के आधार पर (Mo के रूप में) मोलिबडेनम का प्रतिशत, न्यूनतम 52.0 (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003
6. फेरस सल्फेट (FeSO ₄ .7H ₂ O)	(i) भार के आधार पर (Fe के रूप में) फेरस लौह का प्रतिशत न्यूनतम 19.0 (ii) भार के आधार पर (H ₂ SO ₄ के रूप में) अमिक्षित अम्ल (फी एसिड) का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Fe के रूप में) फेरिक लौह का प्रतिशत अधिकतम 0.5 (iv) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0	8. Zn-ई.डी.टी.ए. के रूप में चिलेटेड जस्ता	(i) रूप-सुप्रवाही रवेदार/चूर्ण के रूप में चिलेटेड जस्ता (i) रूप-सुप्रवाही रवेदार/चूर्ण के रूप में भार के आधार पर (Zn के रूप में अभिव्यक्ति जस्ता अंश का प्रतिशत, न्यूनतम 12.0 (ii) भार के आधार पर (pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 (iii) pH 6-6.5
9. Fe-ई.डी.टी.ए.	(i) Fe-ई.डी.टी.ए. के रूप में चिलेटेड लौह (ii) Fe-ई.डी.टी.ए. के रूप में भार के आधार पर (Fe के रूप में अभिव्यक्ति लौह अंश का प्रतिशत, न्यूनतम 12.0 (iii) भार के आधार पर (pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 (iv) pH 5.5-6.5"	(i) रूप सुप्रवाही रवेदार/चूर्ण के रूप में चिलेटेड लौह (ii) Fe-ई.डी.टी.ए. के रूप में भार के आधार पर (Fe के रूप में अभिव्यक्ति लौह अंश का प्रतिशत, न्यूनतम 12.0 (iii) भार के आधार पर (pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 (iv) pH 5.5-6.5"	

(2) शीर्षक “प्राग-ख-विभिन्न उर्बरकों के लिए पौष्टिकोषक की सहन सीमा” के नीचे, अम सं. 4 और उससे संबंधित

प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित क्रम से, और प्रविष्टियां जोड़ी जाएंगी, अर्थात् :—

“5. बोरक्स, चिलेटेड जस्ता—
और चिलेटेड लौह-ई.डी.टी.ए. 0.1

6. सोलुबर तांबा सल्फेट, जस्ता सल्फेट
मैग्नीज सल्फेट और फैरस सल्फेट के लिए 0.2

7. अमोनियम मोलिब्डेट के लिए 0.5”

(3) उक्त अवैश्य, को अनुसूची-2 में शीर्षक “भाग-ख
उर्वरकों के विश्लेषण की पद्धति” के नीचे—

(1) उप शीर्षक “7 जिक सल्फेट, कृषि श्रेणी के विश्लेषण की पद्धति” के नीचे,

क्रम सं० (iii) और उससे संबंधित प्रविष्टियों के स्थान पर निम्नलिखित क्रम संक्षिकां और प्रविष्टियां रखी जाएंगी, अर्थात् :—

“(iii) उपांतरित ई.डी.टी.ए. अनुमापन पद्धति द्वारा जस्ता सल्फेट में जस्ते का अवधारण :—

(क) अभिकर्मक

(1) ई.डी.टी.ए. विश्लेषण:

3.72 ग्राम आइसोडियम एथिलीन डायमाइन टेट्रा-एंटेड डाइहाइड्रेट को आसुत जल में घोले और 1 लिंदर तक आयतन बनाएं।

(2) मानक जस्ता विश्लेषण:

लगभग 1.0 ग्राम जस्ता धातु तोलें और भार को सही रूप में अभिनिविद्ध करें। इसे डॉल्प के रूप में प्रस्तु करें। जस्ता धातु के प्रति ग्राम 20/मिली लिटर के हिसाब से HCl(1:1) मिलाएं। इसे छूट धंधों के लिए एवं और पूरी तरह से धूल जाने दें। विश्लेषण आयतन ठीक-ठीक 000 मि.लि. तक बनाएं।

(3) अमोनियम हाइड्रोग्राम्साइड (20%) (मि./मि.)

(4) अमोनियम क्लोराइड—ए.आर. ग्रेड लवण

(5) *सोडियम साइनाइड—ए.आर./जी आर. ग्रेड लवण

(6) एरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर

1 ग्राम एरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर को 100 ग्राम ए. (ए.आर.) ग्रेड सोडियम क्लोराइड में प्रचल्ती तरीके से मिलाइए।

(7) फार्मलडिहाइड एसेटिक अम्ल विश्लेषण (4%)

लगभग 100 मि.लि. आसुत जल में 100 मि.लि. फार्मलडिहाइड (37-40%) घोलें। 40 मि.लि. ग्लेसियल एसेटिक अम्ल मिलाइए और आसुत जल से 1 लिटर तक आयतन बनाएं।

*पुर्ण आवधारणी से उपयोग करें।

(8) हाइड्रोक्सी लेमाइन हाइड्रोक्सोराइड :

ए.आर. ग्रेड ठोस लवण

टिप्पणी : आसुत जल से कांच का आसुत जल अभिप्रत है।

(ख) प्रक्रिया :

(1) ई.डी.टी.ए. विश्लेषण का मानकीकरण :

(अ) 10 मि.लि. जस्ता धातु का (मानक) विश्लेषण लें।

(आ) लगभग 0.1 ग्रा. अमोनियम क्लोराइड तथा 30 मि.लि. अमोनियम हाइड्रो-ग्राम्साइड विश्लेषण (20%) मिलाएं।

(इ) लगभग 30 मि.लि. आसुत जल मिला कर इसे तनु करें।

(ई) चुटकी भर [एरिओक्रोम ब्लैक (टी)] इंडिकेटर मिक्सचर मिलाइए। यह लाल रंग देगा।

(उ) स्पष्ट रूप एंड प्लाईट प्राप्त करने के लिए इसका ई.डी.टी.ए. विश्लेषण के साथ अनुमापन करें।

बो१ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(2) नमूनों में जस्ते का अनुमान :

(अ) दिए गए 1.0 ग्राम जस्ता सल्फेट के नमूने की ठीक-ठीक तोलें और इसे अनुमापी प्लास्ट में 100 मि.लि. आसुत जल में घोलें।

(आ) बीकर में 10 मि.लि. एलिकोट लें। 0.1 ग्राम हाइड्रोक्सी लेमाइन हाइड्रोक्सोराइड और 0.1 ग्राम अमोनियम क्लोराइड मिलाएं।

(इ) सोडियम साइनाइड की थोड़ी मात्रा सावधानी से मिलाएं। सफेद अवधेप दिखाई देगा। सोडियम साइनाइड तब तक मिलाते रहें जब तक कि हाथ से बौकर घुमाते समय सफेद अवधेप विलीन न हो जाए। लगभग 0.5 ग्राम अतिरिक्त सोडियम साइनाइड मिलाएं।

(ई) लगभग 30 मि.लि. अमोनियम हाइड्रोग्राम्साइड (20%) मिला करके, इसे तनु करें और लगभग 30 मि.लि. आसुत जल मिलाएं।

(उ) चटकी भर रेगोओडोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर मिलाएं। यह लाल रंग देगा।

(क) ई.डी.टी.ए. विश्लेषण के साथ तब तक अनुमापन करते रहें जब तक यह बैगनी रंग में न बदल जाए। V₂ (मि.लि. / लि.) के रूप में उपयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(ए) उपर्युक्त अनुमापन किए गए विश्लेषण में 20 मि.लि. फार्मलडिहाइड-एसेटिक अम्ल

विलयन मिलाएं और अच्छो तरह से मिला जाए। लाल रंग किर में दिखाई देगा।

(ए) लाल आभारहित ब्लू एंड, प्वाइंट प्राप्त करने के लिए ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ इसका अनुमापन करें V_3 मि.लि. के रूप में दूसरे अनुमापन में उपयोग की गई ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

संगणना :

$$\text{जस्ता \%} = \frac{10 \times V_3 \times W}{V_1}$$

W = मानक जस्ता विलयन को तैयार करने हेतु लिए गए जस्ता धातु के टुकड़े का ग्राम में तोल।

$V_1 = 10$ मि.लि. जस्ता धातु विलयन के लिए उपयोग किए गए ई.डी.टी.ए. विलयन का (मि.लि.) में आयतन।

V_3 = दूसरे अनुमापन के लिए उपयोग किए गए ई.डी.टी.ए. विलयन (मि.लि. में) का आयतन।

(ii) उप-शीर्षक “10. मैग्नीज सल्फेट कृषि श्रणी विश्लेषण की आनुकूलिक पद्धति” और उसमें सब्दित क्रम संबंधीक तथा प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित उपशीर्षक, क्रम संबंधीक और प्रविष्टियां अन्तःस्थापित की जाएंगी, अर्थात् —

“11. बोरेक्स (सोडियम टेट्राबोरेट डेकाहार्ड्रेट उर्वरक) को विश्लेषण पद्धति :

(i) अभिकर्मकों को क्वालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हों, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत जल का उपयोग किया जाएगा :

टिप्पणी : शुद्ध रसायनों से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव अत्तिविष्ट नहीं हैं जो विश्लेषणों के परिणामों को प्रभावित करते हैं।

(ii) बोरेन का अवधारण :

(अ) परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रामी प्रकाशमापी पद्धति

(क) अभिकर्मक :

(1) मानक बोरेन विलयन :

साफ वाच ग्लास पर १ आर ग्रेड का 44.095 ग्राम सोडियम टेट्राबोरेट डेकाहार्ड्रेट तोलें और ऐसे फल के जरिए एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें।

कांच के आसुत जल से वाच-ग्लास और फल को कई बार प्रक्षाल करके अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। फ्लास्क

में डाट संग्रहकर विलयन की अच्छी तरह से हिलाएं। यह 5000 पी पी एम बोरेन का विलयन है, जिसे इसके पश्चात् मानक “ए” कहा जाएगा। यह विलयन आगे प्रयोग करने के लिए साफ बोतल में रखा जाना चाहिए।

(2) कार्यकारी मानकों को तैयार करना :

मानक “ए” के निम्नलिखित आयतन को 50 मि.लि. अंकित अनुमापी फ्लास्कों में पिपेट करे और जल के साथ आयतन बनाएँ :

फ्लास्क लिए गए मानक “ए” 50 मि.लि. तक आयतन सं. का आयतन (मि.लि.) बनाने के पश्चात् बोरेन का संदर्भ (पी.पी.एम)

1.	0. 0	0. 0
2.	4. 0	400
3.	6. 0	600
4.	8. 0	800
5.	10. 0	1000
6.	12. 0	1200
7.	14. 0	1400
8.	16. 0	1600

(ख) प्रक्रिया :

(1) नमूना विलयन तैयार करना :

एक साफ वाच ग्लास पर 2,500 ग्राम पदार्थ तोले और इसे मात्रा अनुसार फल के जरिए 250 मि.लि. बोले अनुमापी फ्लास्क में जल से बार-बार प्रक्षाल करके अवस्थित करें। आयतन तैयार करें, फ्लास्क में डाट संग्रह से हिलाएं।

(2) विलयन को उत्पादित करना :

नाइट्रस आम्स्ट्राइड एसोटिलोन उत्पादन का उपयोग करके द्वारा 249.8 एन एम के तरंगदैर्घ्य पर परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रमों प्रकाशमापी पर मानकों और नमूना विलयन उत्पादित करें।

संगणना :

एकस अक्ष पर उनके संबंधित बोरेन संदर्भ के मुकाबले में बाईं प्रक्षेत्र पर अवशोषण मान का आलेखन करके बोरेन विलयनों के भात संदर्भ का मानक वक्त से प्राप्त बोरेन संदर्भ मान को 0.01 द्वारा गुणा करके यह गए नमूने में बोरेन का प्रतिशत संगणित करें।

उदाहरण :

उर्वरक के नमूने का भाव

= 250 ग्राम

बनाया गया आयतन

= 250 मि.लि

तूलकरण घटक

= 250

----- x 100

2.5

परमाणुरीय अवशोषण नमूने का पाठ्यांक = वाई वाई अवशोषण के मुकाबले में मानक वर्क से बोरोम का तरंगांधी सांकेतिक मान = नमूने में बोरोम की एकस पी पी एम प्रतिशतता = 0.01 एकस

(आ) टिट्रिमिट्रिक पद्धति

(क) पद्धति की रूप रेखा : बोरेक्स का अवधारण पहले हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के साथ इसे बोरिक अम्ल में संपरिवर्तित करके और फिर मननिटाल या सारबिटाल के साथ बोरिक अम्ल मिलाने के पश्चात् सोडियम हाइड्रोक्लोराइड विलयन के मुकाबले में अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

- (1) मानक हाइड्रोक्लोरिक अम्ल -- 0.5 एम
- (2) मानक सोडियम हाइड्रोक्लोराइड = 1.0 एम
- (3) मेयाइल रेड इंडिकेटर ~ 60 मि. लि. परिशोधित स्पिरिट में 0.1 ग्राम पदार्थ धोलें और 300 मि. लि. तक जल से तनु करें।
- (4) फिनोलफ्यलोन इंडिकेटर-100 मि. लि. परिशोधित स्पिरिट में 1 ग्राम पदार्थ धोलें
- (5) मैनिटाल में या सारबिटाल।

(ग) प्रक्रिया :

- (1) 60 मि. लि. जल में ठीक-ठीक सोले गए 3.0 ग्राम पदार्थ धोलें और सूखक के रूप में सेभाइस-लाल विटार का प्रयोग करते हुए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से अनुमापन करें।
- (2) विलयन को उबालें और ठंडा करें।
- (3) 20 ग्राम मैनिटाल या सारबिटाल मिलाएं और सूखक के रूप में फिनोलफ्यलोन विलयन का प्रयोग करते हुए सोडियम हाइड्रोक्लोराइड से अनुमापन करें।

संगणना :

भार के प्राधार पर बोरोम के प्रयोग का प्रतिशत = 1.0819
पी एम

डब्ल्यू

बो = प्रयोग किए गए मानक सोडियम हाइड्रोक्लोराइड का मि. लि. में आयतन

एम = सोडियम हाइड्रोक्लोराइड को ग्रामांक्यता और डब्ल्यू = परीक्षण हेतु किए गए पदार्थ का ग्राम में भार (संदर्भ - वाई. एम. वाई. - 1109 = 1980)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण : यहां ही जैसा ही जैसा पद्धति सं. 8 (7) (क) में है।

(iv) (pH) का अवधारण :

जल में 3.8 ग्राम पदार्थ धोलें और इसे 100 मि. लि. तक बनाएं। कांच के इलेक्ट्रोड का प्रयोग करके उपयुक्त पीएच भीटर की सहायता से विलयन के पीएच मान को मापें।

(v) सत्ते का अवधारण :

यैसा ही जैसा पद्धति सं. 8 (v) में ही अस्ता सल्फेट के स्थान पर बोरेक्स का प्रयोग करें।

12. तांबा रालेट उर्वरक के विश्लेषण की पद्धति $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

(1) अभिकर्मकों की व्यालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिविष्ट न हो परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विनिविष्ट जल का उपयोग किया जाएगा।

टिप्पण : “शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिव्रेत हैं, जिनमें ऐसे अपवाह अन्तविष्ट हैं, जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। विनिविष्ट जल से ऐसा जल अभिव्रेत है जो धनायन और अणायन विनियम रेजिन या मिक्सिं घनायन अणायन विनियम रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात प्राप्त होता है।

(2) संबंधी का अवधारण

- (अ) परमाणुरीय अवशोषण स्पेस्ट्रमो प्रकाशमापी पद्धति
- (क) अभिकर्मक : जैसा कि 8 (iv) (क) (1) (2) और (3) में विनिविष्ट है।

(ख) प्रक्रिया :

(1) एक साफ बाब ग्लास पर 0.25 ग्राम सामग्री तोलें और इसे फनल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी पलास्क में कांच के आसुत जल से बार-बार प्रकाश करके अन्तर्विक करें। 10 प्रतिशत सल्फ्यूरिक अम्ल का एक मि. लि. मिलाएं और आयतन तैयार करें।

(2) 500 मि. लि. अनुमापी पलास्क में तैयार किए गए विलयन का 3 मि. लि. लें और आयतन तैयार करें। विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं और सूखे साफ पलास्क में ड्राइटर में सं. 42 फिल्टर पत्र के माध्यम से छान ले पलास्क को 10 से 15 मि. लि. किल्डरित के द्वारा प्रकाशित करना चाहिए और किर फिल्टर करते रहें।

(3) विलयन को उचित करना : यादु एसेटोली उचाल का प्रयोग करके 324.8 एन. एम. तरंग दैर्घ्य पर परमाणुरीय अवशोषण स्पेक्ट्रमो प्रकाशमापी पर मानकों और छाने हुए ममूनों को उचित करें।

संगणना : तांबा विलयन के ज्ञात संबंधित सांकेतिक मान के मुकाबले में वाई-प्रकाश पर अवशोषण मान का आलेखन करके तैयार करें।

नमूने में तांबे का प्रतिशत = 10 एकस

जहाँ डब्ल्यू = परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार

एकस = ग्राम से अवधारण के रूप में (पी. पी. एम. में) संबंधी का संबंध

(ग्रा) आयोडोमिटि अनुमापन पद्धति

(क) पद्धति की रूपरेखा :

तांबे का अवधारण पोटेशियम आयोडाइड को मिलाकर और मानक सोडियम यिथो — सल्फेट विलयन के मुकाबले निकाले गए आयोडिन का अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

(1) सोडियम कार्बनेट = ए आर प्रेड

(2) पोटेशियम आयोडाइड = ए आर क्रिस्टल

(3) ऐसीटिक अम्ल = ए आर प्रेड

(4) मानक सोडियम यिथो सल्फेट विलयन

0.1 एम

(5) स्टार्बंसूचक विलयन = 5 प्राम स्टार्बंसूचक और 0.01 प्राम मरक्यूरिकआयोडाइड की 30 मि. लि. ठंडे जल के साथ घोलें प्रीत हसे एक लिटर उबलते जल में धीरे-धीरे हिलाते हुए डालें। तीम मिनट तक उबालें : ठंडा होने वे और अधिक्षम व्यवहार इब का निस्तार करें।

(6) पोटेशियम यिथोसाइनेट क्रिस्टल

(०१) प्रक्रिया :

(1) 50 मि.लि. जब में (ठीक तोल गए परीक्षण ममूले का लगभग 1 प्राम घोलें।

(2) एक चुटकी सोडियम कार्बनेट तथा तक मिलाएं जब तक कि हल्का आविस्ता दिखाई न दें। उसके पश्चात् 5 मि.लि. ऐसीटिक अम्ल 3 प्राम पोटेशियम आयोडाइड मिलाएं और सूखक के रूप में स्टार्बंसूचक का प्रयोग करके सोडियम यिथोसल्फेट विलयन के साथ निकाले गए आयोडिन का तब तक अनुमापन करे जब तक कि केवल हल्का नीला रंग न रह जाए।

(3) लगभग 2 प्राम पोटेशियम यिथोसाइनेट मिलाएं, हिलाएं और तब तक अनुमापन करते रहें जब तक कि नीला रंग खिलीन न हो जाए।

संगणना :

तांबा द्रव्यमान के 6.35 वी.एन
आधार पर प्रतिशत =

एम

जहां थी : मानक सोडियम यिथोसल्फेट विलयन का मि.लि में आपत्ति।

एन = मानक यिथोसल्फेट विलयन को सामान्यता और

एम = परीक्षण के लिए लिए गये ममूले का प्राम द्रव्यमान।

[संदर्भ : आई.एस. 261 (1982)]

(iii) सीसे (Pb) का अवधारण :

बेसा ही बेसा पर्दात सं. 8(v) में है।

अस्ता के स्थान पर तांबा सल्फेट का प्रयोग करें।

(iv) विलेय लौह और एल्यूमिनियम मिश्रण का अवधारण (Fe के रूप में अभिव्यक्त)

(क) पद्धति की रूपरेखा लौह और एल्यूमिनियम का अभिव्यक्ति नियम हाइड्रोग्राविसाइड के साथ अवशेषण करके भारातमें रूप से अवधारण किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक:

1. सांकेति नाइट्रिक अम्ल—ए आर प्रेड

2. अमोनियम क्लोराइड—ए आर प्रेड

3. अमोनियम हाइड्रोग्राविसाइड—लगभग 15 प्रतिशत $\text{NH}_3(\text{M}/\text{V})$ तनु करें।

4. हाइड्रोक्लोरिक अम्ल — 33 प्रतिशत (M/V) तनु करें।

(ग) प्रक्रिया :

(1) 10 प्राम परोक्ति तनुते लैं और 25 मि.लि. जब 2 मि.लि. नाइट्रिक अम्ल और 5 प्राम अमोनियम क्लोराइड मिलाएं।

(2) अमोनियम हाइड्रोग्राविसाइड विलयन मिलाकर विलयनको को क्षारीय बनाए रखो हुए इसे जल उधमक पर तब तक रखें जब तक कि अवशेष अर्गेन्ट हो जाए।

(4) अवशिष्ट को छानें और तम्बूकरण अमोनियम हाइड्रोग्राविसाइड से प्रक्षाल करें।

(5) अवशिष्ट को गर्व तनूकरण हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलें।

(6) अमोनियम हाइड्रोग्राविसाइड मिलाकर विलयन को पुनः क्षारीय बनाएं और अवशेषण को स्थिर होने दें।

(7) अवशिष्ट को छानें और जल से प्रक्षाल करें।

(8) अवशिष्ट को सुखाकर जानाएं और अब तक तोले जब तक कि स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए।

संगणना :

विलेय लौह और एल्यूमिनियम मिश्रण

(Fe₃ के रूप में) अवशेषण के

आधार पर प्रतिशत

70 एम,

एम₂

जहां एम₁ — प्राप्त अवशिष्ट का प्राम में द्रव्यमान

(एम₂ = परीक्षण के लिए लिए गये तनुते का प्राम में द्रव्यमान)

(संदर्भ : आई.एस. : 261—1982)

(5) जल में सूक्ष्मेय पदार्थ का अवधारण

(क) अभिकर्मकः

(क) सांत्रित सूक्ष्मूरिक अम्लस एवं धार प्रेष

(ख) प्रक्रिया:

लगभग 10 ग्राम परीक्षण नमूना ठोक-ठोक तोलें और इसे 100 मि.लि. जल में धोलें 3 मि.लि. सूक्ष्मूरिक अम्ल मिलाएं और सामान्य ताप पर पूरी तरह से हिलाएं। आधेय मारित फिल्टर पत्र या आधेय मारित सिटरिट कांच के क्लूसिबल (जी.एम. 4) के जरिए छान लें। जल से अवशिष्ट को तब तक प्रक्षाल करें जब तक कि यह अम्ल से मुक्त न हो जाए। 105° से 110° सेटोप्रेष पर बनाए रखे गए घट्टी पर फिल्टर पत्र या क्लूसिबल को तब तक सुखाएं कि टिपर इव्यमान प्राप्त न हो जाए।

संगणना :

अविलेय पदार्थ इव्यमान के

$$\text{प्राप्ति} = \frac{\text{एम}_1 \times 100}{\text{एम}_2}$$

एम₁ = प्राप्ति किये गये अवशिष्ट का ग्राम में इव्यमान एम₂ = परीक्षण के लिए लिये गए पदार्थ का ग्राम में इव्यमान

एम = प्राप्ति किये गए अवशिष्ट का ग्राम में इव्यमान

(vi) pH का अवधारणः

(क) प्रक्रिया:

जल में 5 ग्राम परीक्षण नमूना धोलें और 100 मि.लि. तक आयतन बनाएं। उदयुक्त पी एन भोटर का प्रयोग करके कांच के इलेक्ट्रोड से pH का अवधारण करें।

13. फेरस सल्फेट के विश्लेषण की पद्धति

(हेप्टाहाइड्रेट ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

(i) अभिकर्मकों की इकाइयाँ—जब तक कि अन्यथा विनिष्टित न हों, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आमुत या विनियित जल का प्रयोग किया जाएगा।

टिप्पणः “शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभियेत हैं जिनमें से ऐसे अपवृद्ध अन्तर्विष्ट नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। विनियित जल से ऐसा जल अभियेत है जो धमायन और झणायन विनियय रेजिन या विनिय धमायन—झणायन विनियय रेजिन के माध्यम से आमुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) फेरस लौह का अवधारण

(क) पद्धति की रूपरेखा—फेरस लौह के धंग का अवधारण मानक पौटिशियम परमैग्नेट विलयन के साथ प्रनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मकः—

(1) सूक्ष्मूरिक अम्ल लगभग 4 एन।

(2) मानक पौटिशियम परमैग्नेट विलयन—0.1 एन।

(3) आयोक्लोस्कोरिक अम्ल।

(ग) प्रक्रिया

(1) तापार किए गए नदूने के लगभग 5 ग्राम ठोक ठोक तोलें और इसे जल में धोलें।

(2) सूक्ष्मूरिक अम्ल का 1 से 2 मि.लि. मिलाएं और अनुमापी फलास्क में विलयन को 250 मि.लि. तक बनाएं।

(3) फिल्ट्रो फलास्क में इस विलयन का ठोक ठोक 50 मि.लि. पिपेट कर लें।

(4) 10 मि.लि. सूक्ष्मूरिक अम्ल और 2 मि.लि. आर्थोकास्कोरिक अम्ल मिलाएं और मानक पौटिशियम परमैग्नेट विलयन के साथ प्रनुमापन करें।

संगणना :

फेरस लौह, धार के

27.92 बो.एन.

धार पर प्रतिशत =

उड्डय

जहाँ बो = प्रयुक्त मानक पौटिशियम परमैग्नेट का आयतन एन = मानक पौटिशियम परमैग्नेट विलयन को प्रसामान्यता।

उड्डय = परीक्षण के लिए लिये गए पदार्थ का ग्राम में धार (संघर्षः आई एस-262-1982)

(iii) कुल लौह का अवधारण :—

(अ) पौटिशियम डाइक्रोमेट का प्रयोग करके डाइट्रामिट्रिक पद्धति।

(क) पद्धति की रूपरेखा : कुल लौह का अवधारण स्टैनप्र्रस बलोराइड से फेरिक लौह कम करके और फिर कुल फेरस लौह का मानक पौटिशियम डाइक्रोमेट विलयन के साथ प्रनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मकः

(1) सान्त्रित हाइड्रोबलोरिक अम्ल।

(2) स्टैनप्रस बलोराइड विलयन—6.0 ग्राम स्टैनप्रस बलोराइड क्रिस्टल ($\text{SnCl}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

60 मि.लि. सान्त्रित हाइड्रोबलोरिक अम्ल में धोलें और जल से ततु करके इसे 100 मि.लि. तक बना लें। इस विलयन को डांट लगी हुई बोतल में रखें।

(3) मरक्यूरिक बलोराइड विलयन—
संतुष्ट ।

(4) सांकेत सलफ्यूरिक अम्ल ।

(5) डाइफिनाइलामीन सूखक—0.1 ग्राम
डाइफिनाइलामोन 100 मि. लि.
सांकेत सलफ्यूरिक अम्ल में घोलें ।

(6) मानक पोटैशियम डाइकोमेट विलयन—
1.0 एन

(ग) प्रक्रिया:—

(1) तैयार किए गए नमूने के संग्रहण 5 ग्राम ठीक-ठीक तोलें और इसे जल में घोलें ।

(2) 1 से 2 मि. लि. तनूकरण सलफ्यूरिक अम्ल मिलाएं और किसी अनुमापी पलास्क में 230 मि. लि. तक आयतन बढ़ाएं ।

(3) इस विलयन का 50 मि. लि. एलिकार्ड में और 10 मि. लि. सांकेत हाइड्रो-क्लोरिक अम्ल मिलाएं और उबलने तक गर्म करें ।

(4) फेरिक बलोराइड के पीले रंग के विलीन हो जाने तक स्टैनस बलोराइड-विलयन मिलाकर सौह को कम करें । स्टैनस बलोराइड 2 से 3 बूंद से अधिक न मिलाएं ।

(5) विलयन को ठंडा करें, शीघ्रता से मरक्यूरिक बलोराइड विलयन मिलाएं और हिलाएं ताकि यह संकेत करते हुए मरक्यूरस बलोराइड का सफेद अवधेप धीरे-धीरे तैयार हो जाए कि स्टैनस बलोराइड कुछ अधिक भावाव में विलयन है ।

(6) इसे 5 से 10 मिनट तक ऐसे ही रखें, 150 से 200 मि. लि. तक सनु करें और 5 मि. लि. फास्कोरिक अम्ल और 5 बूंद डाइफिनाइलामोन सूखक मिलाएं । मानक पोटैशियम डायकोमेट विलयन के साथ तब तक अनुमापन करें जब तक कि विलयन का रंग गाढ़ा भीता न हो जाए, जो हिलने पर फीका नहीं पड़ता ।

संशोधन:

कुल सौह, भार के आधार पर प्रतिशत
= 27.92 एन.

जहाँ बी=अनुमापन में प्रयुक्त पोटैशियम डाइकोमेट का मिल. लि. में आयतन की प्रसामान्यता और डबल्यू=एलिकोर में विलयन पवार्थ का प्राप्त में भार (संदर्भ: आई.एस. 962; -1967)

(आ) परमाणवीय प्रवशेषण स्पेक्ट्रमो प्रकाशमापी पद्धति:

(क) अभिकर्मक

(1) मानक (सौह विलयन—100° ppm)

1 ग्राम शुद्ध लोहे के तार को ठीक-ठीक तोलें और एक इसे बोकर में लगभग 30 मि. लि. 6 N.HCl में रखें और उबालें । इसे फनल के माध्यम से बोकर और फनल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रकाश करके एक लिटर अनुमापी पलास्क में छांतरित करें । निशान तक आयतन बनाएं । पलास्क में डॉट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं । यह 1000 ppm सौह विलयन है ।

(2) pH₃ 2.5 ± 0.5 कोष का आसुत या अनिजित जल से ।

(3) कार्बंकारी मानक सौहर करता—100 मि.लि. अनुमापी पलास्क में 10 मि.लि. सौह स्टाक विलयन पिपेट करें और आयतन तक तनु करें । यह 100 ppm सौह विलयन है । 50 मि.लि. अंकित अनुमापी पलास्क में 100 ppm सौह विलयन निम्नलिखित आयतनों तक पिपेट करें और अस्तीकृत जल से आयतन बनाएं ।

पलास्क सं.	लिए गए 100 ppm मानक सौह विलयन का	50 मि.लि. तक पश्चात् सौह का आयतन (मि.लि.)	सांकेत (ppm)
1.	0.0	0.0	
2.	1.0	2.0	
3.	2.0	4.0	
4.	3.0	6.0	
5.	4.0	8.0	
6.	5.0	10.0	
7.	6.0	12.0	
8.	7.0	14.0	
9.	8.0	16.0	
10.	9.0	18.0	
11.	10.0	20.0	

डबल्यू

फ्लास्क में डॉट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं।

(ख) प्रक्रिया :—

(1) फेरस उर्वरक नमूना तैयार करना :—

एक स्वच्छ काँच पर 1.000 ग्राम पवार्थ ठीक-ठीक तोलें और इसे फनेल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अम्लीकृत जल से बार-बार प्रक्षाल करते हुए अन्तरित करें और पवार्थ को अच्छी तरह हिला कर धोलें। निशान तक अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं और अच्छी तरह से हिलाएं।

(2) 5 मि.लि. तैयार किए गए विलयन 100 मि.लि. अनुमापी फ्लास्क में लें और अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं। विलय को अच्छी तरह से हिलाएं और सुखे साफ फ्लास्कों में ट्रूटमैन सं. 42 लिटर पत्र में से छामें। फ्लास्कों को 10 से 15 मि.लि. फिल्टरित से प्रक्षालन करना चाहिए और तब फिल्टरन जारी रखें।

(3) विलयनों को उबलित करना : मानक और फिल्टरित नमूने की परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकागमापी पर अवग्रप्त वायु ऐसीटिलीन उदासा का प्रयोग करते हुए 248.3nm तरंगवेध्य पर उबलित करें।

संगणना :

लौह विलयनों के कात सांद्रणों की एक मानक वज्र एक्स-एक्स्ट्रक्शन पर संबंधित लौह सांद्रणों के मुकाबले में बाईं—धक्षय पर अवशोषण मान का आलेखन करके बनाएं प्राप्त से नमूना विलयन में लौह की सान्द्रण अवधारित करें।

कुल लौह % = 2. एयर्स

उद्देश्य

जहां एयर्स = मानक वज्र से प्राप्त रु (ppm) सान्द्रण

उद्देश्य = परीक्षण के लिए गए पवार्थ का ग्राम में भार।

(4) फेरिक लौह का अवधारण—नमूने में फेरिक लौह का प्रतिशत प्राप्त करने के लिए कुल लौह प्रतिशत से फेरस लौह प्रतिशत का मान घटाएं।
(संदर्भ : आई.एस. 262—1967)

(5) pH का अवधारण—नमूने के 5.0 ग्राम को 100 मि.लि. ताजे उबले और ठंडा किए गए जल में धोलें और काँच का इलेक्ट्रोड का प्रयोग करते हुए pH मीटर द्वारा पीएच का अवधारण करें।

(6) जल में अविलेय पवार्थ का अवधारण—वैसा ही जैसा कि पद्धति 8 (7) में है।

(7) तीसे का अवधारण : वैसा ही है जैसा कि पद्धति 8 (5) में है, जस्ता सल्फेट के स्थान पर फेरस सल्फेट का प्रयोग करें।

14. अमोनियम मोलिब्डेट के विश्लेषण की पद्धति $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

(1) अभिकर्मकों की क्षमताएँ :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और काँच के आसुत या विष्विजित जल का प्रयोग किया जाएगा :

टिप्पण : “शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिन्न हैं, जिनमें ऐसे अपद्रव्य अन्तर्विल्ट नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। “विष्विजित जल” से ऐसा जल अभिन्न है जो घनायन और अणायन विभिन्न रेजिन या मिथित घनायन अणायन विनियम रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(2) मोलिब्डेनम का अवधारण :

(अ) परमाण्वीय अवशोषण स्प्रेक्ट्रमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक :—

(1) पोटैशियम सल्फेट-25 ग्राम एवं ए पोटैशियम सल्फेट 1 लिटर आसुत जल में धोलें।

(2) मानक मोलिब्डेनम विलयन =

1. 5 ग्राम मोलिब्डेनम ट्राइआक्साइड (Mo_3O_9) को तोलें और इसे फनेल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में बीकर और फनेल को काँच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके अन्तरित करें निशान तक आयतन बनाएं। यह 1000 ppm मानक मोलिब्डेनम विलयन है।

(3) कार्यकारी मानक तैयार करना—

100 मि.लि. अंकित अनुमापी फ्लास्कों में 1000 ppm मानक Mo विलयन का निम्नलिखित आयतन पिणेट करें। प्रत्येक फ्लास्क में 20 मि.लि. पोटैशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और 100 मि.लि. तक आयतन बनाएं। फ्लास्क में डॉट लगाएं और उन्हें अच्छी तरह से हिलाएं।

फ्लास्क सं.	किए गए 1000 मिलाए गए ppm विलयन का आयतन	पोटैशियम सल्फेट का आयतन	100 मि.लि. परमाण्वीय विलयन का सान्द्रण (मि.लि.) (ppm)
1.	0. 0	20. 0	0
2.	2. 0	20. 0	20
3.	3. 0	20. 0	30
4.	4. 0	20. 0	40
5.	5. 0	20. 0	50
6.	6. 0	20. 0	60

(ख) प्रक्रिया:

- (1) अमोनियम भोलिडेट उर्ध्वरक नमूना तैयार करना: एक साफ बाल ग्लास पर 0.1 ग्राम पदार्थ ठीक-ठीक तोले और इसे फेनेल के माध्यम से कई बार प्रक्षाल करके 100 मि.लि. के एक अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें और अच्छी तरह से हिलाकर पदार्थ को घोल लें। निशान तक आयतन बना लें।
- (2) तैयार किए गए विलयन में से 10 मि.लि. एक 100 मि.लि. के अनुमापी फ्लास्क में लें, इसमें 20 मि.लि. पोटेशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और निशान तक आयतन बना लें।
- (3) विलयन को ज्वलित करना: मानक और फिल्टरित नमूनों को परमाणुरीय अवशोषण स्वेक्ट्रमी प्रकाश-मापी पर नाइट्रसआक्साइड-एसेटिलीन ज्वाला का प्रयोग करते हुए 313.3 nm के तरंग वैध्यं पर ज्वलित करें।

संगणना:

मोलिडेनम विलयन के ज्ञात सांकेतिक अवधारणा के संबंधित एक्स-प्रक्ष मोलिडेनम सांकेतिक अवधारणा के मुकाबले में बाई-प्रक्ष पर अवशीषण मान का आलेखन करके तैयार करें।

MO का प्रतिशत = एक्स

10 इक्स

जहाँ एक्स-प्रशाकन वक्र से प्राप्त मोलिडेनम (ppm) का सांकेतिक अवधारणा के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(ग्रा) मोलिडेनम के अवधारण के लिए वर्णमितीय पद्धति:—

(क) पद्धति की रूपरेखा:

आनन्द विलयन में मोलिडेनम (6) जब स्टैमस ब्लोराइड (जो लघु फेरस आयन की मौजूदगी में सबसे अच्छा है) के साथ उपचार किए जाएं तो, अधिकांशतः मोलिडेनम (5) में संपर्चित हो जाता है। इससे भायोसाइट आयन के साथ एक सम्मिश्रण, सम्भवतः अधिकांशतः Mo(SCN)₆ तैयार होता है जो लाल रंग का होता है। पश्चात्तरीं को डोनर अम्लीजन परमाणु (3-मिथाइलबुटामोल को प्रथमिकता दी जाती है) वाले विलायकों से निकाला जा सकता है। रंग अम्ल के सान्द्रण (इस्ट्रेटम सान्द्रण/1एम) और यायोसाइट आयन के सान्द्रण (K1.0 प्रतिशत किम्तु रंग की प्रगाढ़ता 2-10 प्रतिशत के रेंज में स्थिर रहती है) पर निर्भर करता है, यह स्टैमस ब्लोराइड के अधिक्य से कम ही प्रभावित होता है। मोलिडेनम सम्मिश्रण का अधिकतम अवशोषण 465 nm पर है।

(ख) सांकेतिक:

1. फोटोमीटर—कोई भी उपयुक्त प्रकाशविद्युत वर्णमिति।

(ग) प्रभिकर्मक:

1. मानक मोलिडेनम विलयन—(0.001 प्रतिशत मोलिडेनम) — 0.184 ग्राम AR अमोनियम मोलिडेनम $[(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ एक साफ बाय ग्लास पर तोले और फेनेल द्वारा बाल ग्लास और फेनेल को काँच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। इस विलयन में से 10 मि.लि. एक 100 मि.लि. अनुमापी फ्लास्क में पिपेट और निशान तक आयतन बनाएं। यह 0.001 प्रतिशत Mo विलयन देता है।
2. फेरस अमोनियम सल्फेट—10 ग्राम ए.आर. फेरस अमोनियम सल्फेट सवण 100 मि.लि. अति सनुकरण H_2SO_4 में घोलें।
3. स्टैमस ब्लोराइड विलयन—10 ग्राम ए.आर. स्टैमस ब्लोराइड डाइहाइड्रेट 100 मि.लि. /1M हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलें।
4. पोटेशियम भायोसाइट विलयन—10 ग्राम ए.आर. पोटेशियम भायोसाइट विलयन 100 मि.लि. आसुत पानी में घोलें।
5. आई सी.—एम्पूल एल्कोहॉल

(घ) ममूला तैयार करना—0.1 ग्राम नमूने को एक साफ बाल ग्लास पर तोले और इसे फेनेल द्वारा बाल ग्लास और फेनेल को काँच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। इस विलयन में से 5 मि.लि. एक 100 मि.लि. अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और निशान तक आयतन बनाएं।

(इ) प्रक्रिया:—

- (1) 0.001 प्रतिशत मोलिडेनम विलयन (जिसमें 0.01 मि.ग्रा., 0.02 मि.ग्रा., 0.03 मि.ग्रा. 0.04 मि.ग्रा. और 0.05 मि.ग्रा. मोलिडेनम अन्तिविष्ट हो) के 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 और 5.0 मि.लि. को 50 मि.लि. अम्लता वाले पुरुषकारी फेनेलों में रखें और प्रत्येक को समान आयतन के जल में तम्हारे,

(2) प्रत्येक फेनेल में 2.0 मि.लि. सान्द्रण HCl , 1.0 मि.लि. अमोनियम फेरस सल्फेट और 3.0 मि.लि. पोटेशियम भायोसाइट विलयन मिलाएं।

(3) इसे हल्के से हिलाएं और फिर इसमें 3.0 मि.लि. स्टैमस ब्लोराइड विलयन मिलाएं।

(4) प्रत्येक पृथक्कारी फेनेल में कुल आयतन 25 मि.लि. तक लाने के लिए जल डालें और मिला लें।

(5) प्रत्येक फेनेल में पुनर्जागृहीत 3—मिथाइल—बूटानॉल (आई सी—एम्बूल एल्कोहॉल) का 10 मि.लि. पिंपेट करें और प्रत्येक को अलग-अलग 30 सेकंड तक हिलाएं।

(6) इस प्रावस्था को अलग-अलग होने में और साथ-ग्रामीणीयक मीथे के जलीय परत को हटा दें।

(7) कांच के डॉट को हटा दें और ऐल्कोहॉली सार को छोटे छोटे फेनेल में शोधित कांच तंतु के छोटे पलग में से डालें और कार्बनिक सार को 1.0 से.मी. अवशोषण सेल में एकत्रित करें।

(8) 3—मिथाइलबूटानॉल ब्लैंक के मुकाबले में एक स्पेक्ट्रामी प्रकाशमापी में 465 mm पर अवशोषण को माप करें।

(9) मानक मोलिड्डेनम विलयनों के सान्द्रण के मुकाबले में अवशोषण आलेखित करें और अंशांकन वर्क छोड़ें।

(10) नमूना विलयन का 10 मि.लि. लें और इसका अवशोषण का अवधारण अंशांकन वर्क का प्रयोग करके ठीक उसी तरह उपचार करके करें जैसा मानक विलयनों के लिए किया जाता है। नमूना विलयन में मोलिड्डेनम का तत्समान सान्द्रण अवधारित करें।

संगणना :

2000. एक्स
Mo प्रतिशत = $\frac{वाई \times डॉल्यू}{वाई \times डॉल्यू}$

जहाँ एक्स = परोक्षण विलयन की मोलिड्डेनम का (मि.ग्राम में) सान्द्रण

वाई = परोक्षण के लिए लिए गए नमूना विलयन का आयतन।

डॉल्यू = नमूना विलयन तैयार करने के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(संबंध :—बोगल्स डैक्स्ट बुक ग्रॉफ एक्स्ट्रिक्यू एमालिसिस)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण

(क) प्रक्रिया :—

25.0 ग्राम पदार्थ को 123 मि.लि. जल में घोलें। इसे तोले हुए और तैयार किए गए गूच कूसिबल या सिवरित ग्लास कूसिबल (जी. स. 4) में से फिल्टर करें और अवशिष्ट जल से अच्छी तरह प्रक्षाल करें। कूसिबल को स्थिर ग्राममात्र तक $110^\circ \pm 8^\circ$ पर सुखाएं।

(क) संगणना :

जल में अविलेय पदार्थ का भार के ग्रामाधार पर प्रतिशत = 4ए जहाँ ए = अवशिष्ट का ग्राम में भार।

(iv) सीसे का अवधारण :

बंसा ही जैसा पढ़ति सं. 8 (v) में है। जस्ता सल्फेट के स्थान पर अमोनियम मोलिड्डेन का प्रयोग करें।

15. मिलेटेड जस्ता के विश्लेषण की पढ़ति (Zn_2 ई.डी.टी.ए. के रूप में)

(i) अभिकर्मक :

(क) ई.डी.टी.ए. विलेयन—(0.05)—18.612 ग्राम डाइसोडियम एथिलीन डाइएमीन डेट्राइसिटेट डाइहाइड्रेट (ई.डी.टी.ए.) आमुत जल में घोलें और एक सिटर तक आयतन बनाएं।

(ख) मानक जस्ता विलयन (1000 ppm)

एक बोकर में 1.0 ग्राम जस्ता धातु ठीक तोलें।

20. मि.लि. + HCl (1:1) मिलाएं। इसे कुछ घंटे के लिए रखें और इसे पूरी तरह से पुलमे दें। इस विलयन को 1 लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयतन बनाएं।

(ग) सान्द्रित अमोनिया विलयन (विशेष प्रेड 0.88)

(घ) अमोनियम नाइट्रो—AR प्रेड लवण।

(इ.) बफर विलयन (pH 10)—8.0 ग्राम AR प्रेड अमोनियम नाइट्रो 65 मि.लि. जल में घोलें और 35 मि.लि. सान्धित अमोनिया विलयन (विशेष प्रेड 0.88) मिलाएं।

(च) एरियोक्रोम ब्लैंक (T) इंडिकेटर मिक्सर—100 ग्राम AR प्रेड पोटेशियम नाइट्रोटेट के साथ 1 ग्राम एरियोक्रोम ब्लैंक (T) इंडिकेटर अच्छी तरह से मिलाएं।

(छ) हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्सीलोराइड—AR प्रेड

(ज) पोटेशियम साइनाइड—प्रेड (प्रथमिक सावधानी से प्रयोग किया जाए) 15% जलीय विलयन।

(झ) मैग्नीज सल्फेट विलयन—11.15 ग्राम एमार प्रेड मैग्नीज सल्फेट 1 लिटर आमुत जल में घोलें।

(झ) सोडियम फ्लोराइड AR प्रेड

(ii) नमूना विलयन तैयार करना—1.0 ग्राम नमूने को ठीक ठीक तोले और इसे 100 मि.लि. अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। आमुत जल आयतन बनाएं। इसे रात भर रखें।

(iii) प्रक्रिया :

(क) ई.डी.टी.ए. विलयन का मानकीकरण

(1) 10 मि.लि. जस्ता विलयन (मानक) ले।

(2) इसमें 30 मि.लि. आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 10 मि.लि. बफर विलयन और 30-40 मि.प्रा. सूचक मिथ्यन मिलाएं।

(4) ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ अनुमापन साफ ब्लू एच्ज प्लाइट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। यहीं मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(र्ध) मैग्नीज सल्फेट विलयन का मासकीकरण :

(1) 25 मि.लि. मैग्नीज सल्फेट विलयन।

(2) इसमें 100 मि.लि. आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 0.25 प्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्सोराइड और 10 मि.लि. बफर विलयन मिलाएं।

(4) 30-40 मि.प्रा. सूचक मिथ्यन मिलाएं।

(5) ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ साफ ब्लू एच्ज प्लाइट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। यहीं₂ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(ग) Zn —ई.डी.टी.ए. उर्वरक के ई.डी.टी.ए. प्रक का अवधारण

(1) 10 मि.लि. नमूना विलयन लें।

(2) इससे 100 मि.लि. आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 0.25 प्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्सोराइड मिलाएं।

(4) 10 मि.लि. बफर विलयन और 30-40 मि.प्रा. सूचक मिथ्यन मिलाएं।

(5) 40° से. तक गर्म करें और मानक ई.डी.टी.ए. विलयन (अधिकारातः शुद्धकीयतः हिलाते हुए) के साथ साफ ब्लू एच्ज प्लाइट होने तक अनुमापन करें। यहीं₃ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(6) एच्ज प्लाइट के पश्चात् 2.5 प्राम सोडियम प्लूब्रोराइड मिलाएं और एक मिनट तक हिलाएं।

(7) इस मानक का मानक मैग्नीज सल्फेट विलयन के साथ धीरे-धीरे स्थायी साल रंग प्राप्त होने तक अनुमापन करें। यहीं₄ मि.लि. के रूप में मिलाएं गए मैग्नीज सल्फेट का आयतन नोट करें।

(8) 1 मिनट तक हिलाएं।

(9) मैग्नीज आयत की अधिक मात्रा का ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ शुद्ध नीला रंग बदलने तक अनुमापन करें। यहीं₅ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गये ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(10) दूसरे एच्ज प्लाइट (चरण 9) के पश्चात् 4-5 मि.लि. 15 प्रतिशत अलीय पोटैशियम सायनाइड विलयन मिलाएं।

(11) मैग्नीज सल्फेट विलयन के साथ इसका शोध्रता से नीले से साल रंग बदलने तक अनुमापन करें। यहीं₆ मि.लि. के रूप में मिलाएं गए मैग्नीज सल्फेट विलयन का आयतन नोट करें।

संगणना :

ई.डी.टी.ए. विलयन (एम₁) की मोलरता =

मासक जस्ता विलयन की मोलरता \times लिए गए मासक जस्ता विलयन का आयतन

(यहीं₁) प्रयुक्त किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन मानक मैग्नीज सल्फेट विलयन (एम₂) की मोलरता = एम₁ \times यहीं₂

लिए गए मासक मैग्नीज सल्फेट विलयन का आयतन Z_{11} के अनुमापन में प्रयुक्त ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या + अन्य धातु (ए) = एम₁ \times यहीं₃ सोडियम फ्लूब्रोराइड द्वारा अलग किए गए ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या (यहीं₅) = एम₂ यहीं₄—एम₁ यहीं₅

इस प्रकार जस्ता (सी) के अनुमापन के लिए प्रयुक्त ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या (सी) = ए \times यहीं₆

परन्तु, KCN द्वारा अलग किए गए ई.डी.टी.ए. के मिल्ली-मोल की संख्या—(जी) = एम₂ \times यहीं₆

इस प्रकार Zn ई.डी.टी.ए. में अन्तर्विष्ट ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या

नमूना = जी—सी

ई.डी.टी.ए. प्रतिशत = 372.24 (जी—सी)

नमूने में मैग्नेशियम का प्रतिशत = 24.31 \times यहीं₆

मुक्त जस्तों का प्रतिशत = 65.38 \times सी

ई.डी.टी.ए. के साथ चिलेटेड जस्ते का प्रतिशत = 65.38 (जी—सी)

(संबंध: बोगल्स टेक्स्ट बुक आफ एवान्टिंडेंट इनप्रारगानिक एकालसिस)

16. चिलेटेड लोह के विशेषण की पद्धति (Z_{11} ई.डी.टी.ए. के रूप में)

(i) अभिकर्मकों की विवालिटी: जब तक कि अन्यथा विविदिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायन और कांच के आसुत या विष्विजित जल का प्रयोग किया जाएगा।

टिप्पण: “शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अप्रत्यक्ष नहीं हैं जो विशेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। “विष्विजित जल” से ऐसा जल अभिप्रेत है जो धमायन और अण्णायन विनियम रेजिन या मिथित धमायन अण्णायन विनियम रेजिन के माध्यम से आसुत जल पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) चिकिटेड लौह का अवधारण

(क) अभिकर्मक:

(1) सोडियम हाइड्रोऑक्साइड विलयन 0.5 N, 20 ग्राम NaOH को जल में घोले और 1 लिटर तक तनु करें।

(2) डाइसोडियम ई.डी.टी.ए. विलयन—0.66 प्रतिशत 0.73 ग्राम Na₂H₂ ई.डी.टी.ए. 2H₂O को जल में घोलें और 100 मि.लि. तक तनु करें।

(3) लौह मानक विलयन—

(अ) स्टाक विलयन—(1000 ppm) 1.000 ग्राम सूक्ष्म Fe तार उच्चकन के साथ लगभग 30 मि.लि. 6 N. HCl में घोलें। किसी अनुमापी फ्लास्क में आसुत जल से 1 लिटर तक तनु करें।

(आ) मध्यवर्ती विलयन—(100 ppm) 10 मि.लि. लौह स्टाक विलयन और 10 मि.लि. Na₂H₂ ई.डी.टी.ए. विलयन को 100 मि.लि. बाले अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और आयतन तक तनु करें।

(ई) कार्यकारी विलयन—100 ppM मध्यवर्ती विलयन के निम्नलिखित आयतन 50 मि.लि. अंकित अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5 N HCl के साथ आयतन बनाएं।

फ्लास्क सं. लिए गए 100 ppm मानक 50 मि.लि. तक लौह विलयन आयतन बनाने के का आयतन (मि.लि.) परिवर्त का सांख्यण (ppm)

1	2	2
1.	1.0	2.0
2.	2.0	4.0
3.	3.0	6.0
4.	4.0	8.0
5.	5.0	10.0
6.	6.0	12.0
7.	7.0	14.0
8.	8.0	16.0
9.	9.0	18.0
10.	10.0	20.0

(ख) सार्वजन धार्य/ऐसीटिलीन उचासा सहित परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी

(ग) प्रक्रिया

(1) नमूना विलयन तैयार करना:—

(अ) लगभग 40 मि.लि. Fe बाले नमूने को 200 मि.लि. के लम्बे प्राकार के बीकर में तोलें।

(आ) 2-3 बूंदे एल्कोहॉल से गृहस्ता करें और 100 मि.लि. जल में घोलें।

(ई) 30 प्रतिशत H₂O₂ की 4 बूंदें मिलाएं, मिथ्रण करें और विलयन का pH 0.5 N. NaOH के साथ 8.5 तक समाप्तीजित करें। यदि pH 8.8 से ऊपर प्रधारित होता है तो विलयन को निकाल दें और विश्लेषण दुबारा करें।

(ई) विलयन को 200 मि.लि. बाले अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें और जल से आयतन तक तनु करें और मिथ्रण करें।

(उ) ब्वार्मिटेटिव पेपर द्वारा विलयन को फिल्टर करें।

(क) 10 मि.लि. फिल्टरित 200 मि.लि. बाले अनुमापी बाले फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5 N. HCl से आयतन तक की तनु करें।

(2) विलयन उचित करना

मानक और नमूना विलयन को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पर बायु ऐसीटिलीन उचासा का प्रयोग करके 248.3 को सरंगदर्शयं पर उचित करें। उसी रीति से प्रयुक्त सभी अभिकर्मकों पर उत्तेक का अवधारण करें।

संगणना:

Fe विलयन के ज्ञात सांखण का एक मानक उत्तर एक्स अक्ष पर संबंधित Fe सांखण के भुकाखले में बाई-शाख पर अवशोषण का आलेखन करके तैयार करें।

चिकिटेड लौह प्रतिशत = (नमूने में ppm Fe - उत्तेक में ppm Fe) × 0.4

ग्राम नमूना

(संबंध विश्लेषण AOAC, 1984 की पद्धति)

(ii) pH का अवधारण

पद्धति सं. 8 (vi)(क) के अनुसार।"

[सं. 13-3/86-उर्वरक (विधि)]
जे.के. अरोड़ा, संयुक्त संचिव

टिप्पण: उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985, सा.का.नि. 758 (अ) तारीख 25-3-1985 द्वारा प्रत्यापित किया गया था।

2. उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 की अनुसूची-I भाग की सा.का.नि. 201 (अ) तारीख 14-2-86 द्वारा संशोधित किया गया था।

3. उर्वरक (नियंत्रण) आदेश की अनुसूची-I भाग "ख" को सा.का.नि. 508 (अ) तारीख 19-3-1986 द्वारा संशोधित किया गया था।

MINISTRY OF AGRICULTURE

(Department of Agriculture and Cooperation)

New Delhi, the 21st October, 1986

ORDER

G.S.R. 1160(E).—In exercise of the powers conferred by section 3 of the Essential Commodities Act, 1955 (10 of 1955), the Central Government hereby makes the following order further to amend the Fertiliser (Control) Order, 1985, namely :—

- (1) This Order may be called Fertiliser (Control) (Third Amendment) Order, 1986
- (2) It shall come into force on the date of its publication in the Official Gazette.
2. In Schedule I to the Fertiliser (Control) Order, 1985 (hereinafter referred to as the said order).
 - (1) Under the heading "Part-A. Specifications of Fertilisers" and sub-heading "1(f) Micronutrients", after serial number 2 and the entries relating thereto, the following serial numbers and entries shall be added, namely :—

Name of Fertiliser	Specifications
1	2
3. Borax (Sodium Tetraborate) ($Na_4B_4O_7 \cdot 10H_2O$) for soil application.	<ol style="list-style-type: none"> i. Content of Boron as (B) per cent by weight minimum 10.5 ii. Matter insoluble in water percent by weight, maximum 1.0 iii. pH 9.0-9.5 iv. Lead (as Pb) percent by weight, maximum 0.003
4. Solubor ($Na_4B_4O_7 \cdot 5H_2O + Na_4B_10O_{18} \cdot 10H_2O$) for foliar spray.	<ol style="list-style-type: none"> i. Content of Boron (as B) per cent by weight, minimum 19.0 ii. Matter insoluble in water per cent by weight, maximum 1.0 iii. Lead (as Pb) per cent by weight, maximum 0.003
5. Copper Sulphate ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).	<ol style="list-style-type: none"> i. Copper (as Cu) per cent by weight, minimum 24.0 ii. Matter insoluble in water percent by weight, maximum 1.0 iii. Soluble iron & aluminium compounds (expressed as Fe), percent by weight, maximum 0.5 iv. Lead (as Pb) percent by weight, maximum 0.003 v. pH not less than 3.0

1	2
6. Ferrous Sulphate ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)	<ol style="list-style-type: none"> i. Ferrous iron (as Fe), percent by weight, minimum 19.0 ii. Free Acid (as H_2SO_4), percent by weight, maximum 1.0 iii. Ferric Iron (as Fe), percent by weight, maximum 0.5 iv. Matter insoluble in water, percent by weight, maximum 1.0 v. pH, not less than 3.5
7. Ammonium Molybdate ($(NH_4)_6Mo_7O_{44} \cdot 4H_2O$)	<ol style="list-style-type: none"> i. Molybdenum (as Mo) percent by weight, minimum 52.0 ii. Matter insoluble in water, per cent by weight, maximum 1.0 iii. Lead (as Pb), per cent by weight, maximum 0.003
8. Chelated Zinc as Zn-EDTA	<ol style="list-style-type: none"> i. Appearance—Free flowing crystalline powder ii. Zinc content (Expressed as Zn), per cent by weight minimum in the form of Zn-EDTA. 12.0 iii. Lead (as Pb), per cent by weight maximum 0.003 iv. pH 6.0-6.5
9. Chelated Iron as Fe-EDTA	<ol style="list-style-type: none"> i. Appearance—Free flowing crystalline powder ii. Iron content (expressed as Fe), per cent by weight minimum in the form of Fe-EDTA. 12.0 iii. Lead (as Pb) per cent by weight maximum 0.003 iv. pH 5.5-6.5
<ol style="list-style-type: none"> (2) Under the heading "Part-B. Tolerance limits in plant nutrient for various fertilisers", after serial number 4 and the entries relating thereto, the following serial numbers and entries shall be added, namely :— <ol style="list-style-type: none"> 5. For Borax, Chelated Zinc-EDTA and Chelated iron-EDTA 0.1 6. For Solubor, Copper Sulphate, Zinc Sulphate, Manganese Sulphate, and ferrous sulphate 0.2 7. For ammonium molybdate 0.5 	

(3) In Schedule-II to the said Order, under the heading "Part-B. Method of analysis of fertilisers".

(i) Under sub-heading "7. Method of analysis of Zinc Sulphate, Agricultural Grade", for serial number (iii) and the entries relating thereto, the following serial-number and entries shall be substituted, namely :—

"(iii) Determination of Zinc in Zinc Sulphate by modified EDTA titration method :—

(a) REAGENTS :

(1) E.D.T.A. Solution :

Dissolve 3.72 g of Di-sodium Ethylene Diamine Tetraacetate dihydrate in distilled water and make up the volume to 1 litre.

(2) Standard Zinc metal solution :

Weigh about 1.0 g of zinc metal and record the weight accurately. Express this as W. Add HCl (1 : 1) @ 20 ml per g of zinc metal. Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Make up the volume of the solution to exactly 1000 ml.

(3) Ammonium Hydroxide (20 per cent) (m|m|).

(4) Ammonium Chloride—AR grade salt.

(5) *Sodium Cyanide—AR|GR grade salt.

(6) Eriochrome Black (T) indicator mixture
Mix thoroughly 1 g of Eriochrome Black (T) indicator with 100 g of AR Grade sodium chloride.

(7) Formaldehyde—Acetic Acid solution (4 per cent) :

Dissolve 100 ml of Formaldehyde (37-40 per cent) in about 100 ml of distilled water. Add 40 ml glacial Acetic acid and make volume to 1 litre with distilled water.

(8) Hydroxylamine Hydrochloride :

AR Grade solid salt.

Note : Distilled water means glass distilled water.

(b) PROCEDURE :

(1) Standardisation of EDTA solution :

(A) Take 10 ml of Zinc metal solution (standard).

(B) Add about 0.1 g of ammonium chloride and 30 ml of ammonium hydroxide solution (20 per cent).

(C) Dilute it by adding about 30 ml distilled Water.

(D) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.

(E) Titrate it with EDTA solution to obtain clear blue end point. Note the volume of EDTA used as V_1 ml.

* To be used with extreme care.

(2) Estimation of Zinc in sample;

(A) Weigh accurately 1.0 g of a given zinc sulphate sample and dissolve it in 100 ml of distilled water in a volumetric flask.

(B) Take 10 ml of aliquot in beaker. Add 0.1 g of hydroxylamine hydrochloride and 0.1 g of ammonium chloride.

(C) Cautiously add small quantity of sodium cyanide. White precipitate will appear. Continue adding sodium cyanide till white precipitate disappears while swirling the beaker with hand. Add about 0.5 g excess of sodium cyanide.

(D) Dilute it by adding about 30 ml of ammonium hydroxide (20 per cent) and add about 30 ml of distilled water.

(E) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.

(F) Titrate with EDTA solution till there is a sharp change to violet colour. Note the volume of EDTA used as V_2 (ml).

(G) Add 20 ml of Formaldehyde-acetic acid solution into above titrated solution and mix well. Red colour will reappear.

(H) Titrate it with EDTA solution to get blue end point without red tinge. Note the volume of EDTA used in second titration as V_3 ml.

CALCULATION :

$$\text{Zinc \%} = \frac{10}{V_1} = \frac{V_3}{V_2} \times W$$

W = Weight in g of piece of Zinc metal taken for preparation of standard zinc solution.

V_1 = Volume of EDTA solution (in ml) used for 10 ml of Zinc metal solution.

V_3 = Volume of EDTA solution (in ml) used for second titration."

(2) After sub-heading "10. Alternative method of analysis of manganese sulphate, Agricultural Grade", and the serial number and entries thereto, the following sub-heading, serial numbers and entries shall be inserted, namely :—

"11. Method of analysis of Borax (Sodium Tetraborate decahydrate fertiliser)

(i) Quality of reagents :

Unless specified otherwise, pure chemicals & glass distilled water shall be used in tests.

Note : Pure chemicals means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis.

(ii) Determination of Boron :

(A) Atomic Absorption spectrophotometer method.

(a) Reagents :

Standard Boron Solution—Weigh 44.095 g of sodium tetraborate decahydrate ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)—AR grade on clean watch glass & transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass & funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Stopper the flask & shake the solution well. This is 5000 ppm boron solution herein after called standard A. This solution should be stored in clean bottle for further use.

(2) Preparation of working standards.—Pipette the following volume of standard A in 50 ml numbered volumetric flasks & make the volume with water.

Flask No.	Volume of standard A taken (ml)	Concentration of boron after making volume to 50 ml (ppm)
1.	0.0	0.0
2.	4.0	400
3.	6.0	600
4.	8.0	800
5.	10.0	1000
6.	12.0	1200
7.	14.0	1400
8.	16.0	1600

(b) Procedure :

(1) Preparation of sample solution :—Weigh 2.500 g of the material on a clean watch glass & transfer it quantitatively in a 250 ml volumetric flask through the funnel giving repeated washing with water. Make up the volume, stopper the flask & shake well.

(2) Flaming the solutions :—Flame the standards & the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 249.8 nm using nitrous oxide-acetylene flame. Calculations : Prepare a standard curve of known concentrations of boron solutions by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective boron concentration on X-axis. Calculate the percentage boron in the given sample by multiplying boron concentration value obtained from standard curve by 0.01.

Example :

of the fertiliser sample	= 2.50 g
Volume made	= 250 ml
Dilution factor	= $\frac{250}{2.5} = 100$

Reading of sample from atomic absorption = Y
 Corresponding concentration value of boron from standard curve against Y absorbance = X ppm percentage of boron in the sample = 0.01 X.

(B) Titrametric method :

(a) Outline of the method : Borax is determined by first converting it to boric acid with hydrochloric acid and then titrating against Sodium hydroxide solution after complexing boric acid with mannitol or sorbitol.

(b) Reagents :

- (1) Standard hydrochloric acid—0.5N.
- (2) Standard sodium hydroxide—1.0N.
- (3) Methyl red indicator—Dissolve 0.1 g of the material in 60 ml of rectified spirit and dilute with water to 100 ml.
- (4) Phenolphthalein indicator—Dissolve 1 g of the material in 100 ml of rectified spirit.
- (5) Mannitol or sorbitol.

(c) Procedure :

- (1) Dissolve 3.0 g of the material, accurately weighed in 60 ml of water & titrate with hydrochloric acid, using methyl red solution as indicator.
- (2) Boil & cool the solution.
- (3) Add 20 g of mannitol or sorbitol, and titrate with sodium hydroxide, using phenolphthalein solution as indicator.

Calculation :

Boron content, percent by Weight = $1.0819 \frac{V \cdot N}{W}$
 V = Volume in ml of standard sodium hydroxide used.
 N = Normality of sodium hydroxide, and
 W = Weight in g of the material taken for the test

(Ref—ISI—1109—1980)

- (iii) Determination of matter insoluble in water : Same as method No. 8 (vii) (a).
- (iv) Determination of pH
 Dissolve 3.8 g of the material in water and make it to 100 ml. Measure the pH value of the solution with the help of suitable pH meter, using glass electrodes.
- (v) Determination of Lead :
 Same as method No. 8 (v). Substitute Zinc sulphate by borax.

12. Method of Analysis of Copper Sulphate Fertiliser ($\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

(i) Quality of Reagents :

Unless specified otherwise pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note : 'Pure chemicals' means chemicals which do not contain impurities which affect the results of analysis. Demineralised water, means the water obtained after passing distilled water through a cation and anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) Determination of Copper :

(A) Atomic absorption Spectrophotometer method :

(a) Reagents : As specified in 8(iv) (a)
(1), (2) and (3)

(b) Procedure :

(1) Weigh 0.25 g of the material on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washings with glass distilled water. Add one ml of 10 per cent sulphuric acid and make up the volume.

(2) Take 5 ml of the prepared solution in 500 ml volumetric flask and make up the volume. Shake the solution well and filter through Whatman No. 42 filter paper in dry clean flask. The flask should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.

(3) Flaming the solutions : Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 324.8 nm using air-acetylene flame.

Calculation :

Prepare a standard curve of known concentrations of Copper solution by plotting the absorbance values on Y-axis against their respective concentration values on X-axis :

Percent, Copper in sample = $10X/W$ Where W = Weight in g of the material taken for test. X = Conc. of copper (in ppm) as determined from the graph.

(B) By Iodometric Titration method :

(a) Outline of the method :

Copper is determined with the addition of potassium iodide and titrating the liberated iodine against standard sodium thio-sulphate solution.

(b) Reagents :

- (1) Sodium Carbonate—AR Grade.
- (2) Potassium Iodide—AR—Crystals
- (3) Acetic Acid—AR Grade.
- (4) Standard Sodium Thiosulphate solution—0.1N.
- (5) Starch indicator solution—Triturate 5 g of starch and 0.01 g of mercuric iodide with 30 ml of cold water and slowly pour it with stirring into one litre of boiling water. Boil for three minutes. Allow to cool and decant off the supernatant clear liquid.
- (6) Potassium thiocyanate crystals.

(c) Procedure :

- (1) Dissolve about 1 g of the test sample (accurately weighed), in 50 ml of water.

(2) Add a pinch of sodium carbonate till a slight turbidity appears. Then add 5 ml. of acetic acid, 3 g of potassium iodide and titrate the liberated iodine with sodium thiosulphate solution, using starch as an indicator, until only a faint blue colour remains.

(3) Add about 2 g of potassium thiocyanate, shake and continue the titration until the blue colour disappears.

Calculations :

6.35. V.N

Copper percent by mass = $\frac{V}{M} \times N$ Where V = Volume in ml of standard sodium thiosulphate solution, N = Normality of standard thiosulphate solution, and M = mass in g of the sample taken for the test.

[Ref. : IS-261 (1982).]

(iii) Determination of Lead (Pb) :

Same as method No. 8(v). Substitute Zinc Sulphate by Copper Sulphate.

(iv) Determination of Soluble Iron and Aluminium compounds (expressed as Fe).

(a) Outline of the method—iron and aluminium are determined gravimetrically by precipitation with ammonium hydroxide.

(b) Reagents :

1. Concentrated nitric acid—AR grade.
2. Ammonium Chloride—AR grade.
3. Dilute Ammonium Hydroxide—approximately 15 per cent NH_3 (m/v).
4. Dilute Hydrochloric acid—33 per cent (m/v).

(c) Procedure :

- (1) Take 10 g of the test sample and add 25 ml of water, 2 ml of nitric acid and 5 g of ammonium chloride.
- (2) Make the solution alkaline by adding ammonium hydroxide solution.
- (3) Keep it on a water bath until the precipitate has flocculated, keeping the solution alkaline by the addition of more ammonium hydroxide, if necessary.
- (4) Filter and wash the residue with dilute ammonium hydroxide.
- (5) Dissolve the residue in hot dilute hydrochloric acid.
- (6) Make the solution again alkaline by adding ammonium hydroxide and allow the precipitate to settle.
- (7) Filter and wash the residue with water.
- (8) Dry the residue, ignite and weigh till a constant mass is obtained.

Calculation :

Soluble iron and aluminium compounds
(as Fe) per cent by mass = $70M_1$

Where M_1 = Mass in g of the residue obtained and
 M_2 = Mass in g of the sample taken for the test
(Ref. IS : 261-1982)

(v) Determination of matter insoluble in water**(a) Reagents :**

(1) Concentrated sulphuric acid—AR Grade.

(b) Procedure :

Weigh accurately about 10 g of the test sample and dissolve in 100 ml of water. Add 3 ml of sulphuric acid and stir thoroughly at room temperature. Filter through a tared filter paper or tared Gooch or Sintered glass crucible (G. No. 4). Wash the residue with water till it is free from acid. Dry the filter paper or crucible in an oven maintained at a temperature of 105 to 110°C till constant mass is obtained.

Calculation :

$$\text{Insoluble matter, percent by mass} = \frac{M_1 \times 100}{M_2}$$

Where M_1 = mass in g of the residue obtained for the test.

M_2 = mass in g of the material taken for the test.

(vi) Determination of pH.**(a) Procedure :**

Dissolve 5 g of the test sample in water and make up the volume to 100 ml. Determine the pH with glass electrodes using a suitable pH meter.

13. Method of Analysis of Ferrous Sulphate (heptahydrate) $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$.

(i) **Quality of Reagents :** Unless specified otherwise, pure chemicals & glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note : 'Pure Chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. Demineralised water means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) Determination of Ferrous Iron.

(a) **Outline of the method—** Ferrous iron content is determined by titration with standard potassium permanganate solution.

(b) Reagents :

1. Dilute Sulphuric acid—4 N approximately.
2. Standard Potassium permanganate solution —0.1 N.
3. Orthophosphoric acid.

(c) Procedure :

1. Weigh accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve it in water.
2. Add 1 to 2 ml of dilute sulphuric acid and make up the solution to 250 ml in a volumetric flask.
3. Pipette out exactly 50 ml of the solution in a flask.
4. Add 10 ml of dilute sulphuric acid and 2 ml of Ortho-phosphoric acid and titrate with standard potassium permanganate solution.

Calculation :

$$\text{Ferrous iron, percent by weight} = \frac{27.92 \text{ V.N.}}{W}$$

Where V = Volume of standard potassium permanganate used.

N = Normality of standard potassium permanganate solution.

W = Weight in g of the material taken for the test.

(Ref. : IS : 262-1982)

(iii) Determination of total iron :

(A) **Titrimetric method using potassium dichromate.**

(a) **Outline of the method :** Total iron is determined by reducing ferric iron with stannous chloride and then titrating the total ferrous iron with standard potassium dichromate solution.

(b) Reagents :

- (1) Concentrated hydrochloric acid.
- (2) Stannous chloride solution—Dissolve 6.0 g of stannous chloride crystals ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in 60 ml of concentrated hydrochloric acid and dilute with water to 100 ml. Keep this solution in stoppered bottle.
- (3) Mercuric chloride solution—saturated.
- (4) Concentrated sulphuric acid.
- (5) Diphenylamine indicator—Dissolve 0.1 g of diphenylamine in 100 ml of concentrated sulphuric acid.
- (6) Standard potassium dichromate solution—1.0 N.

(c) **Procedure :**

- (1) Weigh accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve it in water.
- (2) Add 1 to 2 ml of dilute sulphuric acid and make up the volume to 250 ml in a volumetric flask.
- (3) Take 50 ml aliquot of this solution and add 10 ml of concentrated hydrochloric acid and heat to boiling.

- (4) Reduce the iron by adding stannous chloride solution until the yellow colour of the ferric chloride disappears. Do not add more than 2 to 3 drops of stannous chloride in excess.
- (5) Cool the solution, add rapidly mercuric chloride solution and stir so that a white precipitate of mercurous chloride forms slowly, indicating that a slight excess of stannous chloride is present.
- (6) Allow to stand for 5 to 10 minutes, dilute to 150 to 200 ml and add 5 ml of phosphoric acid and 5 drops of diphenylamine indicator. Titrate with standard potassium dichromate solution until the colour of the solution changes to a deep blue which does not fade on stirring.

Calculation :

$$\text{Total iron, percent by weight} = \frac{27.92 V}{W} N$$

Where V = Volume in ml of potassium dichromate used in titration.

N = Normality of standard potassium dichromate solution and

W = Weight in g of the material present in the aliquot.

(Ref : IS : 262—1967)

B. Atomic Absorption Spectrophotometer Method :

(a) Reagents :

- (1) Standard Iron solution—(1000 ppm)—weigh accurately 1 g pure iron wire and put it in approximately 30 ml 6 N HCl, in a beaker and boil. Transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to the breaker & funnel with glass distilled water. Make the volume up to the mark. Stopper the flask and shake the solution well. This is 1000 ppm iron solution.
- (2) Glass distilled or mineralised water of pH 2.5 ± 0.5 .
- (3) Preparation of working standards—pipette 10 ml iron stock solution in 100 ml volumetric flask & dilute to volume. This is 100 ppm iron solution.

Pipette the following volumes of 100 ppm iron solution in 50 ml numbered volumetric flask and make the volume with acidified water.

Flask No.	Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml)	Concentration of iron after making volume to 50 ml (ppm)
1	2	3
1.	0.0	0.0
2.	1.0	2.0
3.	2.0	4.0
4.	3.0	6.0
5.	4.0	8.0
6.	5.0	10.0
7.	6.0	12.0

1	2	3
8.	7.0	14.0
9.	8.0	16.0
10.	9.0	18.0
11.	10.0	20.0

Stopper the flask & Shake the solution well.

(b) Procedure :

- (1) Preparation of ferrous sulphate fertiliser sample : Weigh exactly 1.000 g of the material on a clean watch glass & transfer it to a one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washing with acidified water & dissolve the material by shaking well. Make the volume up to the mark with acidified water & shake well.
- (2) Take 5 ml of the prepared solution in 100 ml volumetric flask and make up the volume with acidified water. Shake the solution well and filter through whatman No. 42 filter paper in dry clean flasks. The flasks should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.
- (3) Flaming the solutions—Flame the standards and the filtered sample on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 248.3 nm using clean air-acetylene flame.

Calculation :

Prepare a standard Curve of known concentrations of iron solutions by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective iron concentrations on X axis. Determine the concentration of iron in the sample solution from the graph.

$$\text{Total iron} = \frac{2X}{W}$$

Where X = Concentration of Fe (in ppm) obtained from the standard curve.

W = Weight in g of the material taken for the test.

- (iv) Determination of Ferric iron.—Subtract the value of Ferrous iron per cent from Total iron per cent to obtain the Ferric iron per cent in the sample.

(Ref : IS : 262-1967)

- (v) Determination of pH—Dissolve 5.0 g of the sample in 100 ml of freshly boiled and cooled water and determine the pH by means of a pH meter using glass electrode.
- (vi) Determination of matter insoluble in water—Same as method No. 8 (vii).
- (vii) Determination of Lead—Same as method No. 8(v), Substitute Zinc sulphate by ferrous sulphate.

14. METHOD OF ANALYSIS OF AMMONIUM MOLYBDATE



(i) **Quality of Reagents :**

Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests :

Note : 'Pure Chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) **Determination of Molybdenum :**

(A) **Atomic Absorption spectrophotometer method :**

(a) **Reagents :**

(1) **Potassium Sulphate**—Dissolve 25 g of AR Potassium sulphate in 1 litre of distilled water.

(2) **Standard molybdenum solution**—Weigh 1.5 g of molybdenum trioxide (MoO_3) and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to beaker and funnel with glass distilled water. Make up the volume upto the mark. This is 1000 ppm standard molybdenum solution.

(3) **Preparation of working standards**—Pipette the following volume of 1000 ppm standard Mo solution in 100 ml numbered volumetric flasks. Add 20 ml of potassium sulphate solution to each flask and make up the volume to 100 ml. Stopper the flask and shake them well.

Flask No.	Volume of 1000 ppm Mo Solution taken (ml)	Volume of Potassium sulphate added (ml)	Concentration after making the volume to 100 ml (ppm)
1.	0.0	20.0	0
2.	2.0	20.0	20
3.	3.0	20.0	30
4.	4.0	20.0	40
5.	5.0	20.0	50
6.	6.0	20.0	60

(b) **Procedure :**

(1) **Preparation of Ammonium Molybdate fertiliser sample** : Weigh exactly 0.1 g of the material on the clean watch glass and transfer it to a 100 ml volumetric flask through funnel giving repeated washings and dissolve the material by shaking well. Make the volume upto the mark.

(2) Take 10 ml of the prepared solution in a 100 ml volumetric flask, add 20 ml of potassium sulphate solution and make the volume upto the mark.

(3) **Flaming the solution** : Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 313.3 nm using nitrous oxide-acetylene flame.

Calculation :

Prepare a standard curve of known concentration of molybdenum solution by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective molybdenum concentration on X-axis.

$$\text{percent of Mo.} = \frac{X}{10W}$$

Where X = Concentration of molybdenum (ppm) as obtained from the calibration curve.

W = Weight in g of the material taken for the test.

(B) **Colorimetric Method for Determination of Molybdenum :**

(a) **Outline of the Method :**

Molybdenum (vi) in acid solution when treated with stannous chloride (best in the presence of a little ferrous ion) is converted largely into molybdenum (v). This forms a complex with thiocyanate ion, probably largely $\text{Mo}(\text{SCN})_5$, which is red in colour. The latter may be extracted with solvents possessing donor oxygen atoms (3-Methylbutanol is preferred). The colour depends upon the acid concentration (optimum concentration 1M) and the concentration of thiocyanate ion (K 1.0 per cent, but colour intensity is constant in the range 2-10 per cent); it is little influenced by excess of stannous chloride. The molybdenum complex has maximum absorption at 465 nm.

(b) **Apparatus :**

1. **Photometer**—Any suitable photoelectric colorimeter.

(c) **Reagents :**

1. **Standard molybdenum solution**—(0.001 per cent molybdenum)—weigh 0.184 of A.R. Ammonium molybdate ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 10 ml of this solution into 100 ml volumetric flask and make the volume upto the mark. This gives 0.001 per cent Mo solution.

2. **Ferrous Ammonium Sulphate**—Dissolve 10 g of AR ferrous ammonium sulphate salt in 100 ml of every dilute H_2SO_4 .

3. Stannous chloride solution—Dissolve 10 g of AR stannous chloride dihydrate in 100 ml of 1 M-hydrochloric acid.
4. Potassium thiocyanate solution—Dissolve 10 g of AR potassium thiocyanate salt in 100 ml of distilled water.
5. Iso-amyl alcohol.

(d) Preparation of Sample—Weigh 0.1 g of sample on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask, through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 5 ml of this solution into a 100 ml of volumetric flask and make up the volume upto the mark.

(e) Procedure :

- (1) Place 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 and 5.0 ml of the 0.001 per cent molybdenum solution (containing 0.01 mg, 0.02 mg, 0.03 mg, 0.04 mg and 0.05 mg molybdenum) severally in 50 ml capacity separating funnels and diluting each with an equal volume of water.
- (2) Add to each funnel 2.0 ml of conc. HCl, 1.0 ml of ammonium ferrous sulphate and 3.0 ml of the potassium thiocyanate solution.
- (3) Shake gently and then introduce 3.0 ml of the stannous chloride solution.
- (4) Add water to bring the total volume in each separating funnel to 25 ml and mix.
- (5) Pipette 10 ml of redistilled 3-methylbutanol (iso-amyl alcohol) into each funnel and shake individually for 30 seconds.
- (6) Allow the phases to separate and carefully run out the lower aqueous layer.
- (7) Remove the glass stopper and pour the alcoholic extract through small plug of purified glass wool in a small funnel and collect the organic extract in a 1.0 cm absorption cell.
- (8) Measure the absorbance at 465 nm in a spectrophotometer against a 3-methylbutanol blank.
- (9) Plot absorbance against concentration of standard molybdenum solutions and draw the calibration curve.
- (10) Take 10 ml of the sample solution and determine the absorbance of it by subjecting it to the same treatment as the standard solutions, using calibration curve, determine the corresponding concentration of molybdenum in the sample solution.

Calculation :

$$\% \text{ Mo} = \frac{2000 \cdot X}{Y \cdot W}$$

Where X = Concentration of molybdenum (in mg) of the test solution.

Y = Volume of sample solution taken for the test.

W = Wt in g of the material taken for the preparation of the sample solution.

(Ref : Vogel's Text Book of Quantitative analysis).

(iii) Determination of matter insoluble in water

(a) Procedure :

Dissolve 25.0 g of the material in 125 ml of water. Filter through a weighed and prepared Gooch crucible or sintered glass crucible (G. No. 4) and wash the residue thoroughly with water. Dry the crucible at $110^\circ \pm 8^\circ$ to constant mass.

(b) Calculation :

Matter insoluble in water percent by weight = $4A$

Where A = Weight in g of the residue.

(iv) Determination of lead.

Same as per method No. 8(v). Substitute zinc sulphate by ammonium molybdate.

15. Method of Analysis of Chelated Zinc (As Zn-EDTA).

(i) Reagents :

(a) EDTA Solution—(0.05M—Dissolve 18.612 g of disodium ethylene diamine tetraacetate dihydrate (EDTA) in distilled water and make up the volume to 1 litre.

(b) Standard Zinc solution (1000 ppm) Weigh accurately 1.0 g of zinc metal in a beaker. Add 20 ml HCl (1 : 1). Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Transfer the solution to 1 litre volumetric flask. Make the volume upto the mark.

(c) Concentrated Ammonia solution (sp. gr. 0.88).

(d) Ammonium Nitrate—AR grade salt.

(e) Buffer solution (pH-10)—Dissolve 8.0 g AR grade ammonium nitrate in 65 ml of water and add 35 ml of concentrated ammonia solution (sp. gr.—0.88).

(f) Eriochrome black (T) indicator mixture—mix thoroughly 1 gm of eriochrome black (T) indicator with 100 gm of AR grade potassium nitrate.

(g) Hydroxylamine hydrochloride—AR grade.

(h) Potassium cyanide—AR grade (to be used with extreme care) 15 per cent aq. solution.

(i) Manganese sulphate solution—Dissolve 11.15 g of AR grade manganese sulphate in 1 litre of distilled water.

(j) Sodium Fluoride AR grade.

(ii) Preparation of sample solution—Weigh accurately 1.0 g of the sample and transfer it to 100 ml volumetric flask. Make up the volume with distilled water. Keep it overnight.

(iii) Procedure :

- Standardisation of EDTA solution.

 - Take 10 ml of zinc solution (standard).
 - Dilute it by adding 30 ml distilled water.
 - Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
 - Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as V_1 ml.

- Standardisation of manganese sulphate solution.

 - Take 25 ml of manganese sulphate solution.
 - Dilute it by adding 100 ml distilled water.
 - Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride and 10 ml of buffer solution.
 - Add 30-40 mg of indicator mixture.
 - Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as V_2 ml.

- Determination of EDTA content of Zn-EDTA fertiliser.

 - Take 10 ml of sample solution.
 - Dilute it by adding 100 ml of distilled water.
 - Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride.
 - Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
 - Warm to 40°C and titrate with standard EDTA solution (preferably stirring magnetically) to clear blue end point. Note the volume of EDTA used as V_3 ml.
 - After the end point, add 2.5 g of sodium fluoride and stir for one minute.
 - Titrate the solution with standard manganese sulphate solution, slowly, till a permanent red colour is obtained. Note the volume of manganese sulphate added as V_4 ml.
 - Stir for 1 minute.
 - Titrate the excess of manganese ions with EDTA solution until the colour changes to pure blue. Note the volume of EDTA used as V_5 ml.
 - After the second end point (step 9) add 4-5 ml of 15 per cent aqueous potassium cyanide solution.

(11) Titrate it with manganese sulphate solution till colour changes sharply from blue to red. Note the volume of manganese sulphate solution added as V_6 ml.

Calculation :

Molarity of standard zinc. Molarity of EDTA solution (M_1) =
solution \times volume of standard zinc solution taken

Volume of EDTA used (V_1)

Molarity of standard manganese sulphate solution
 $M_2 = V_2 \times M_1$

Volume of standard manganese sulphate solution taken.

No. of millimoles of EDTA used in titrating Zn+other metals
(A) = $M_2 V_2$

No. of millimoles of EDTA liberated by sodium fluoride
(B) = $M_1 V_1 - M_2 V_2$

Hence No. of millimoles of EDTA used for titrating zinc (C) = A - B

But no. of millimoles of EDTA liberated by KCN
(D) = $M_1 V_6$

Hence no. of millimoles of EDTA contained by Zn-EDTA sample = D - C

EDTA percent = 372.24 (D - C)

Percent of magnesium in the sample = $24.31 \times B$

Percent of free Zinc = $65.38 \times C$

Percent Zinc chelated with EDTA = $65.38 (D - C)$

(Ref. Vogel's Text Book of Quantitative Inorganic Analysis)

16. Method of Analysis of Chelated Iron (As Fe-EDTA) :

(i) Quality of reagents—unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note : 'pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) Determination of chelated iron :

(a) Reagents :

(1) Sodium hydroxide solution—0.5 N, Dissolve 20 g NaOH in water & dilute to 1 litre.

(2) Disodium EDTA solution—0.66 per cent, dissolve 0.73 g of Na_2H_4 EDTA $2H_2O$ in water and dilute to 100 ml.

(3) Iron standard solution—

(A) Stock solution—(1000 ppm) Dissolve 1.000 g pure Fe wire in approximately 30 ml 6 N HCl with boiling. Dilute to 1 litre in a volumetric flask with distilled water.

(B) Intermediate solution—(100 ppm). Pipette 10 ml iron stock solution and 10 ml $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$ solution in 100 ml volumetric flask and dilute to volume.

(C) Working solution—Pipette the following volumes of 100 ppm intermediate solution in 50 ml numbered volumetric flask and make the volume with 0.5 N HCl.

Flask No.	Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml)	Concentration of Fe after making volume to 50 ml (ppm)
1.	1.0	2.0
2.	2.0	4.0
3.	3.0	6.0
4.	4.0	8.0
5.	5.0	10.0
6.	6.0	12.0
7.	7.0	14.0
8.	8.0	16.0
9.	9.0	18.0
10.	10.0	20.0

(b) Apparatus-Atomic Absorption Spectrophotometer—with air|acetylene flame.

(c) Procedure :

(1). Preparation of sample solution :

(A) Weigh sample containing approximately 40 mg Fe into 200 ml tall form beaker.

(B) Wet with 2-3 drops of alcohol and dissolve in 100 ml of water.

(C) Add 4 drops of 30 per cent H_2O_2 mix and adjust pH of solution to 8.5 with 0.5 N NaOH. If pH drifts above 8.8, discard solution and repeat analysis.

(D) Transfer solution to 200 ml volumetric flask, dilute to volume with water and mix.

(E) Filter solution through quantitative paper.

(F) Pipette 10 ml filtrate into 200 ml volumetric flask and dilute to volume with 0.5 N HCl.

(2) Flaming the solution :

Flame the standards and the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 248.3 nm using air acetylene flame. In same manner determine Fe blank on all reagents used.

Calculation :

Prepare a standard curve of known concentration of Fe solution by plotting the absorbance value on Y axis against their respective Fe concentration on X axis.

$$\frac{(\text{ppm Fe in sample} - \text{ppm Fe in blank})}{\text{g sample}} \times 0.4$$

$$\text{Chelated Iron \%} = \frac{(\text{ppm Fe in sample} - \text{ppm Fe in blank})}{\text{g sample}} \times 0.4$$

(Ref. Method of analysis AOAC, 1984)

(iii) Determination of pH :

As per method No. 8 (vi) (a).

[No. 13-3/86-Fert. Law]

J. K. ARORA, Jt. Secy.

Note : The Fertiliser (Control) Order, 1985, was promulgated vide GSR 758(E) dated 25-3-1985.

2. The Schedule-I Part A of the Fertiliser (Control) Order, 1985 was amended vide GSR 201(E) dated 14-2-1986.
3. The Schedule-I Part B of the Fertiliser (Control) Order was amended vide GSR 508(E) dated 19-3-1986.

